

PERAN ASAM SULFAT SECARA SEQUENT PADA EPOKSIDASI METIL ESTER TURUNAN MINYAK BIMOLI

THE ROLE OF SULFATIC ACID SEQUENTS IN EPOXIDATION METHYL ESTER BIMOLI OIL DECREASE

Nimpan Bangun¹, Diana Barus¹, Justaman A Karo Karo², Lince Sitepu¹, Slamet Silaban¹
¹Jurusan Kimia Fakultas Matematika dan Ilmu Pengetahuan Alam Universitas Sumatera Utara
²Balai Riset dan Standardisasi Industri Medan, Jl. Sisingamangaraja No. 24 Medan
 email : bnimpan@yahoo.com

ABSTRAK

Epoksidasi merupakan satu langkah penting pada reaksi yang mengubah sifat bahan non- polar menjadi polar. Perubahan jumlah ikatan rangkap pereaksi menjadi zat hasil menunjukkan proses epoksidasi telah terjadi. Terjadinya air hasil samping membuat reaksi epoksidasi menjadi tidak efisien. Agar hasil epoksi menjadi lebih tinggi, maka perlu penambahan H_2SO_4 lanjutan (sequent). Dalam percobaan ini 50 ml (48 g) Metil Ester Asam Lemak (MEAL) - bilangan iodin 83,1216 mg/ 100g I_2 - dioksidasi dengan $HCOOH$, H_2O_2 lalu ditambahkan 2 ml H_2SO_4 pekat sebagai katalis diperoleh epoksi dengan bilangan iodin 56,5169 mg/ 100g I_2 . Ke dalam bahan ini dilakukan penambahan 2 ml H_2SO_4 pekat bersama $HCOOH$, H_2O_2 kali ke 2 maka diperoleh bilangan iodin 42,3296 mg/ 100 g I_2 diperoleh penurunan bilangan iodin 24,5% ini menunjukkan peningkatan epoksi yang terjadi.

Kata kunci : bilangan iodin, epoksidasi ,metil ester

ABSTRACT

Epoxydation has an important step in a reaction that can be change the nature from non polar to be a polar material. The reducing number of unsaturated reactant to a product has been an indication that epoxydation was formed. Water as a side product makes the reaction to be inefficient. In order the reaction proceeds efficiently and high yield there is needed to add concentrate H_2SO_4 sequent.

In this experiment, Fatty Acid Methyl Ester (FAME) 50 ml (48 g) with Iodine Value (IV) 83, 1216 mg/ 100 g I_2 was used then oxidized using a mixture $HCOOH$, H_2O_2 . By addition concentrate H_2SO_4 (2ml) as a catalyst. In this step IV product has 56, 5169 mg/ 100g I_2 . The next step, the obtained product oxidized further by addition a mixture containing $HCOOH$, H_2O_2 and concentrate H_2SO_4 (2 ml). The IV product gives 42, 3296 mg/ 100 g I_2 means a reduce IV is 24, 5%. This method shows a good performance the epoxydation process.

Key words: Iodine Value (IV), epoxydation, methyl ester.

PENDAHULUAN

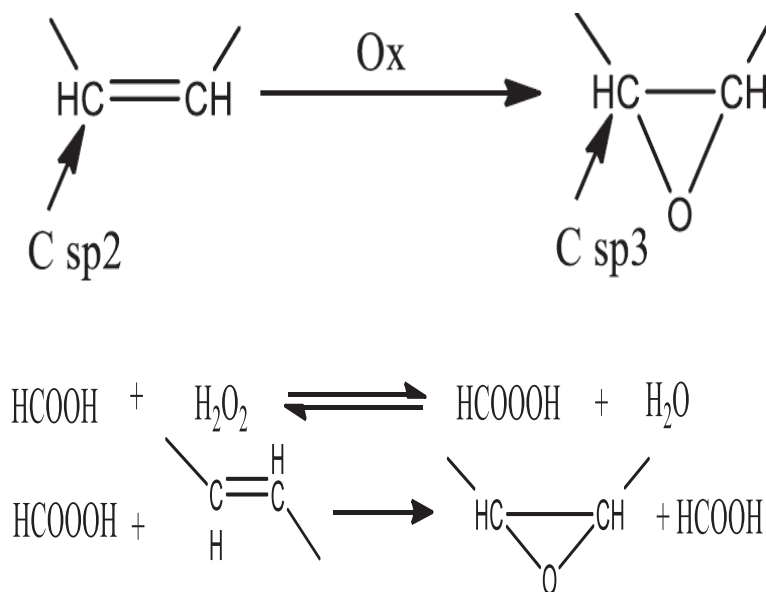
Vegetable oil represents one of the cheapest and most abundant biological feedstock available in large quantities and its use as starting material offers numerous advantages such as low toxicity and inherent biodegradability Minyak nabati mempunyai

banyak kegunaan dan juga sebagai bahan baku yang paling murah serta relatif mudah dapat terurai secara alami dibandingkan dengan hasil petroleum (Biermann 2000). Pengubahan ikatan rangkap pada minyak nabati dan turunannya menjadi gugus

reaktif terhadap okidasi, seperti pembentukan epoksi yang memungkinkan dapat menghasilkan produk yang menyamai dengan produk turunan dari petroleum (Petrovic 2002, Goud 2006, Mungroo 2008)

Suatu material yang penting dalam industri seperti pelumas terus meningkat jumlah yang dibutuhkan. Sampai saat ini sumber bahan baku yang digunakan masih dari petroleum. Bahan ini tidak aman terhadap lingkungan karena tidak mudah diuraikan(non biodegradable).Upaya menggantikan bahan ini telah diarahkan dengan menggunakan sumber bahan yang terpebaharukan (renewable resources)

seperti minyak nabati. Untuk mendapatkan keadaan fisis yang mirip dengan pelumas konvensional, maka dicoba menggunakan bahan baku dari minyak nabati (Birova A,2002). Bahan minyak nabati mempunyai kekentalan yang rendah, titik didih rendah karena memiliki ikatan rangkap dan jika diubah menjadi sifat fisis yang lain, kekentalan lebih tinggi, serta titik didih yang lebih tinggi dapat dilakukan dengan cara epoksidasi (Lathi PS, 2007). Secara kimia, ikatan hidrokarbon pada molekul ini diubah dari hybrid molekul sp^2 menjadi sp^3 (Scala JL,2002)



Gambar 1. Epoksidasi Olefine Menjadi Oxirene

Perlakuan epoksidasi dapat dikelompokkan dalam 4 bagian yaitu (1) menggunakan peracids (asam peroksida) seperti asam perasetat maupun asam perbenzoat dengan menggunakan asam sebagai katalis (2) epoksidasi menggunakan bahan peroksida bahan organik maupun anorganik menggunakan katalis logam transisi, (3) epoksidasi halohydrin menggunakan asam hipohalida dan

garamnya, (4) epoksidasi menggunakan oksigen molecular (Saurabh, 2011)

Dilaporkan disini metode epoksidasi menggunakan asam peroksida yang dibuat secara insitu, dengan mencampurkan asam formiat, H_2O_2 dengan katalis asam sulfat pekat. Asam sulfat ditambahkan dua kali maka diperoleh epoksi yang lebih banyak.

METODE PENELITIAN

Bahan bahan yang dipakai: Metil ester yang diturunkan dari minyak Bimoli komersial. Asam formiat, asam sulfat pekat 96% dan Hidrogen peroksida 30% di beli dari Merck. Prosedur :

Kedalam labu leher tiga yang dilengkapi dengan hotplate stirer, bar stirer dan kondensor dimasukkan 60 ml HCOOH 90% bersama 30 ml H₂O₂ 30% secara perlahan-lahan sambil diaduk. Campuran tersebut diaduk dengan pengaduk magnet pada suhu 40- 45 °C selama 1 jam. Kemudian kedalam campuran tersebut ditambahkan MEAL (Metil Ester Asam Lemak) sebanyak 50ml (48 g) secara perlahan-lahan melalui corong penetes melalui leher yang satu dan melalui leher yang lain ditambahkan 2ml H₂SO₄ pekat melalui corong penetes. Dipertahankan suhu pemanasan pada temperature 40-45 °C sambil diaduk dengan pengaduk magnet selama 2 jam. Campuran hasil yang diperoleh diekstraksi dengan n-heksan dan ekstraknya (lapisan atas) dicuci dengan larutan 0,01% NaOH hingga tetesan diperoleh pH 7. Fase n-heksan ditambahkan Na₂SO₄ anhidrous kemudian disaring. Filtrat yang diperoleh dirotari evaporasi dan diperoleh epoksi 51,5 g. Bahan ini kemudian diuji dengan spektroskopi FT-IR dan selanjutnya ditentukan angka iodin (IV= Iodine Value).

Penentuan Bilangan Iodin

Kedalam erlenmeyer dimasukkan 0,3 gram sampel terepoksidasi bersama pelarut 15 ml sikloheksana- asam asetat kemudian dikocok. Setelah homogen ditambahkan 25 ml larutan Wijs. Selanjutnya ditutup dan dikocok. Penyimpanan di tempat yang gelap

pada suhu kamar selama 30 menit penting dilakukan sebelum menambahkan 20 ml larutan KI 15% dan dikocok. Setelah pengenceran dengan 100 ml aquadest, lalu dititrasi dengan Na₂S₂O₃ 0,1 N hingga warna kuning hilang. Campuran ini dititrasi lanjutan. Setelah menambahkan 2 ml indikator amilum sampai warna biru tepat hilang dan dicatat volume Na₂S₂O₃ yang terpakai. Dihitung bilangan iodin menggunakan rumus :

$$\text{Bilangan Iodin} = \frac{(B-S) \times N \times 12,69}{\text{berat sampel (gram)}}$$

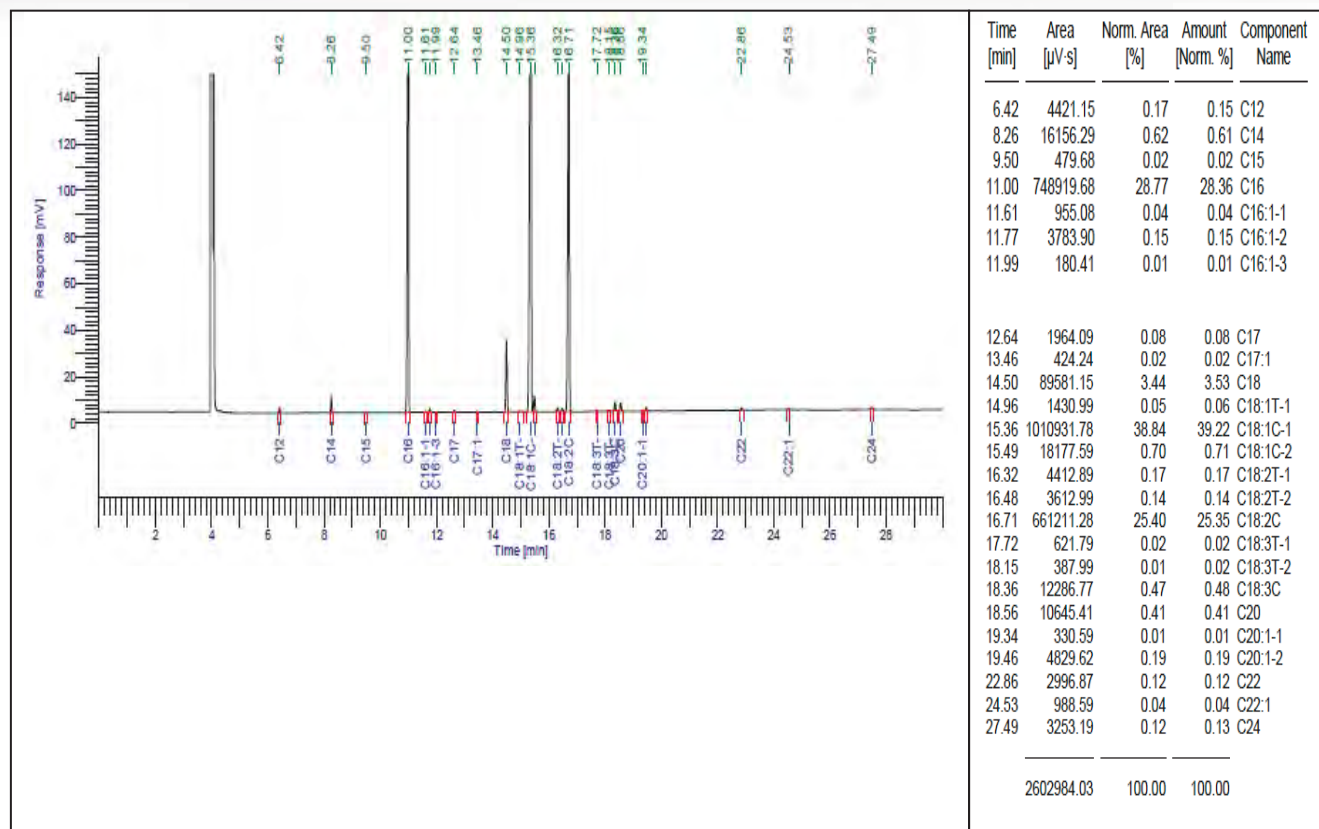
Keterangan : B = volume titrasi blanko (ml)
S = volume titrasi sampel (ml)
N= normalitas Na₂S₂O₃ (0,1 N)

Percobaan ini diulangi dengan menambahkan H₂SO₄ pekat seperti semula dan dilanjutkan dengan penambahan H₂SO₄ pekat yang kedua diikuti dengan proses ekstraksi serta penentuan bilangan iodin. Dalam pengerjaan yang pertama diperoleh bilangan iodin 56,5769 mg/ 100g I₂. Dengan cara penambahan H₂SO₄ pekat secara sequent diperoleh bilangan iodin 42,3296 mg/ 100g I₂.

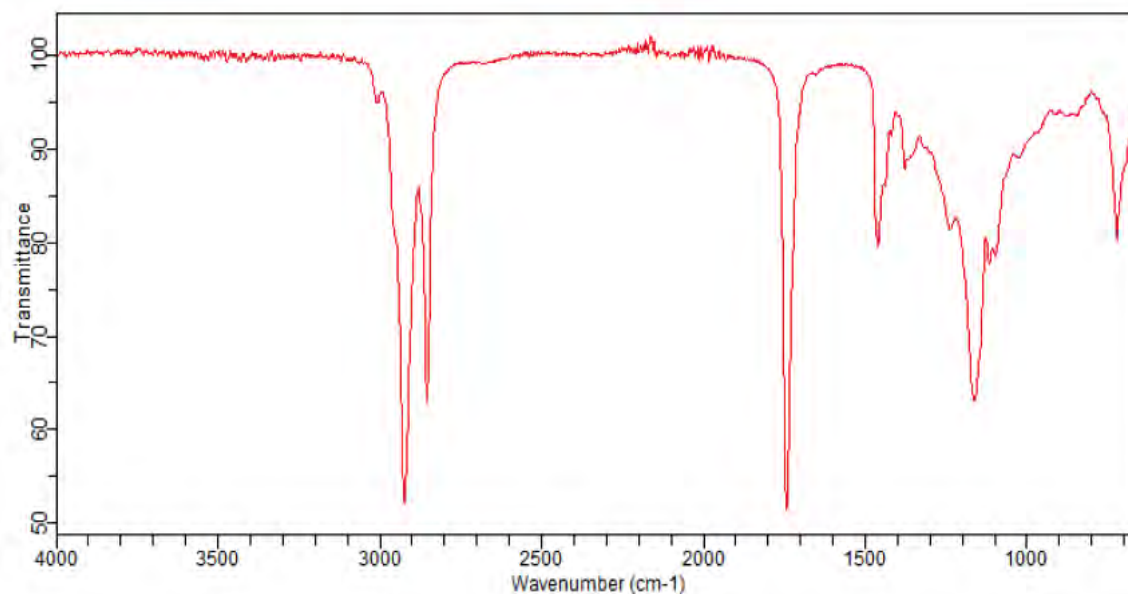
HASIL DAN PEMBAHASAN

Analisis Epoksidasi Metil Ester

Bahan metil ester asam lemak(MEAL) turunan minyak Bimoli telah dianalisis dengan Kromatografi Gas (Gambar 2) dan spektrum FT – IR (Gambar 3) dapat dilihat dibawah ini.



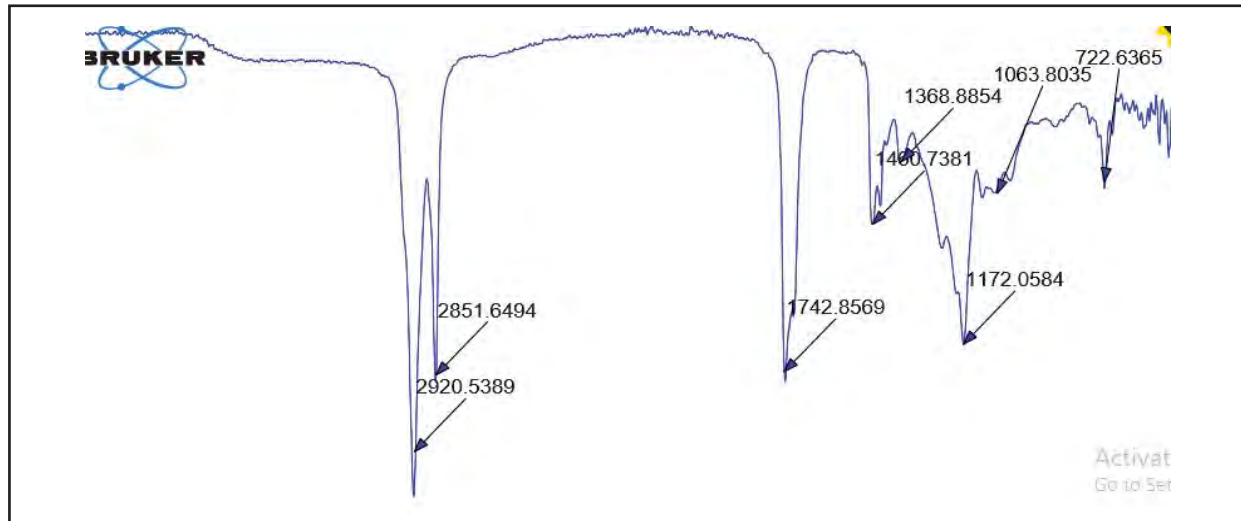
Gambar 2. Spektrum Kromatogram GC Metil Ester Turunan Minyak Bimoli



Gambar 3. Spektrum FT-IR dari metil ester (MEAL) turunan minyak Bimoli

Data GC menunjukkan total kandungan asam lemak tak jenuh 74,24%. Pada spectrum FT-IR ikatan ketidakjenuhan ditunjukkan pada 3000 cm^{-1} ($\text{C}=\text{C}$), yang seharusnya pada 3400

cm^{-1} dengan intensitas yang kecil $\text{C}-\text{H}$ 2950 cm^{-1} dan 2854 cm^{-1} , $\text{C}=\text{O}$ pada 1740 cm^{-1} , $\text{HC}=\text{CH}$ cis 730 cm^{-1} (Jumat S,2012).



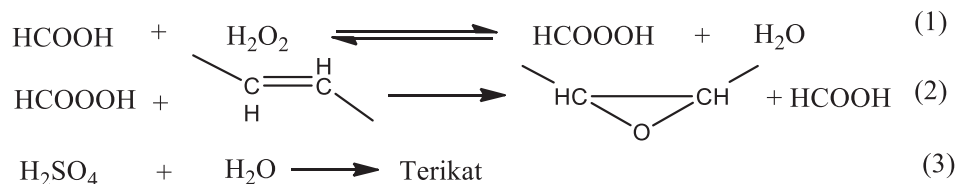
Gambar 4. Spektrum FT- IR epoksi metil ester (MEAL) minyak Bimoli

Dari spektrum ini, pita gelombang pada 3000 cm^{-1} hilang dan muncul puncak pada 803 cm^{-1} sedikit bergeser dari 823 cm^{-1} seperti yang dilaporkan sebelumnya (Jumat, S 2012)

Uji Bilangan Iodin (IV Number)

Metil asam lemak turunan minyak Bimoli komersial diepoksidasi menggunakan campuran HCOOH , H_2O_2 beserta H_2SO_4 pekat sebanyak 2 ml dan diperoleh epoksida. Bilangan iodin

epoksida yang diperoleh berubah dari $83,1216\text{ mg}/100\text{ g I}_2$ menjadi $56,5769\text{ mg}/100\text{ g I}_2$. Perlakuan yang sama dilakukan seperti sebelumnya, disertai penambahan tetes demi tetes H_2SO_4 pekat sebanyak 2 ml (perlakuan sequent) menunjukkan penurunan bilangan iodin menjadi $42,3296\text{ mg}/100\text{ g I}_2$. Hal ini terjadi kemungkinan disebabkan pembentukan asam perasid lebih banyak terjadi. Spekulasi mekanisme dapat digambarkan sebagai berikut.



Gambar 5. Spekulasi mekanisme peran asam sulfat pada epoksidasi

H₂O yang terikat pada H₂SO₄ pekat membuat kesetimbangan reaksi (1) diatas bergeser kekanan, sehingga asam peroksida makin banyak, reaksi produk epoksi (2) makin tinggi. Akan tetapi jika reaksi menggunakan H₂SO₄ pekat ditambahkan 4 ml sekaligus, terjadi karbonisasi ditandai warna hitam. Untuk menjaga reaksi tidak menjadi rusak maka dipilih asam yang tidak korosif, seperti Amberlyt kation exchange, maupun para toluene sulfonat (PTSA).

KESIMPULAN

Penambahan asam sulfat pekat pada reaksi epoksidasi secara sequent (berkelanjutan) dapat meningkatkan produksi epoksi.

DAFTAR PUSTAKA

- Birova A, Pavlovicova A, Cvengros J. 2002. *Lubricating Oils Based on Chemically Modified Vegetable Oils*. J Synth Lubr, 18:291-299
- Lathi PS, Mattiasson B. 2007. *Green Approach for the Preparation of biodegradable lubricant base stock from epoxidised vegetable oil*. Appl Catal B: Environ . 69:207-212
- Saurabh T, Patnaik M, Bahgt S.L and Renge V.C.2011. *Epoxidation of Vegetable Oils : Review*. International Journal of Advenced Engineering Technology. 2.(4): 491-501
- Jumat S, Nadia S, Yousif E. 2012. *Synthesis and characterization of esters derived from ricinoleic acid and evaluation of their low temperature property*. Sains Malaysiana. 41:1239-1244
- Scala, J. L and Wool, R.P. 2002. *Effect of Fatty Acid Composition on Epoxidation Kinetics of TAG*. JAOCS . 79 (4) , 373–378
- Biermann, U., Friedt, W., Lang, S., Luhs, W., Machmuller, G., Metzger J.O., Klaas, M.R., Schafer, H.J., Schneider, M.P., 2000. *New syntheses with oils and fats as renewable raw materials for the chemical industry* Angew. Chem. Int. Ed. 39, 2206–2224.
- Petrovic, ZS Zlatanovic, A Lava, CC and SinadinovicFiser, S. 2002. *Epoxidation of soybean oil in toluene with peroxy acetic and peroxy formic acids-kinetics and side reactions*, European Journal of Lipid Science and Technology, Vol 104, no.5, p.p 293-299.
- Mungroo R, Pradhan NC, Goud VV and Dalai AK 2008. *Epoxidation of canola oil with hydrogen peroxide catalysed by acidic ion exchange resin*. Journal of the American Oil Chemist Society, vol.85, no.9, p.p 887-896.
- Goud, V.V., Patwardhan, A.V., Pradhan, N.C.. 2006. *Studies on the epoxidation of mahua oil (Madhumica Indica) by hydrogen peroxide*. Bioresource Technology. 97, 1365–1371

